

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 476257

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 04.05.78 (21) 1922215/23-4

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 05.07.75. Бюллетень № 25

Дата опубликования описания 11.05.76

(51) М. Кл. C 07d 31/22

(53) УДК 547.821.3.07
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. А. Зияев, О. С. Отрошенко, А. С. Садыков,
Г. А. Толкачева и Х. Д. Халилова

(71) Заявитель

Ташкентский государственный университет
им. В. И. Ленина

THE BRITISH LIBRARY

12 NOV 1976

SCIENCE REFERENCE LIBRARY

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИ-N-МЕТИЛЕН-4,4'- ДИПИРИДИЛИЙХЛОРИДА

1

Изобретение относится к способу получения нового соединения — поли-N-метилен-4,4'-дипиридилийхлорида, которое обладает высокой биологической активностью и может найти применение в сельском хозяйстве.

Предлагается основанный на известной в органической химии реакции взаимодействия 4,4'-дипиридила с дигалоидными алкилами с образованием соли поли-N-алкилен - 4,4'-дипиридилия способ получения поли-N-метилен-4,4'-дипиридилийхлорида, заключающийся в том, что 4,4'-дипиридил подвергают взаимодействию с хлористым метиленом при 140—150° С с последующим выделением целевого продукта известным способом.

В случае проведения процесса при температуре около 200° С происходит сильное осмоловление реакционной массы и уменьшается выход целевого продукта. При 80—100° С образуется низкомолекулярное соединение, которое по биологической активности отличается от целевого продукта.

Пример. В стальной автоклав или в стеклянную ампулу вносят смесь 3 г 4,4'-дипиридила и 30 мл хлористого метиленса и нагревают ее 6 час при 140—150° С. Затем из реакционной массы отгоняют избыток хлористого метиленса, остаток растворяют в воде и обрабатывают активированным углем для очистки от смолистых веществ. Раствор фильтруют и

2

выпаривают досуха. Остаток представляет собой темно-коричневое кристаллическое вещество, т. пл. 208—209° С (с разл.), которое переосаждают из насыщенного водного раствора ацетоном.

Выход поли-N-метилен-4,4'-дипиридилийхлорида 90% (считая на исходный 4,4'-дипиридил). Средний молекулярный вес (определен криоскопическим методом) 2000.

Найдено, %: С 54,80, 54,56; Н 4,99, 4,96; N 11,96, 11,54; Cl 29,12, 29,21.

15 Фрагмент молекулы $C_{14}H_{10}N_2Cl_2$.

Вычислено, %: С 54,77; Н 4,15; N 11,62; Cl 29,46.

10 ИК-спектр (cm^{-1}): 1380, 1470 (деформационные колебания), 2280, 2960 (валентные ко-

20 лебания группы $\text{>}^+ \text{N}-\text{CH}_2$, которой нет в

25 ИК-спектре исходного 4,4'-дипиридила).

В ЯМР-спектре, снятом для раствора соли в D_2O , в области слабых полей наблюдаются мультиплеты α - и β -протонов 4,4'-дипиридилийного ядра соответственно при 9,70 м.д. и 8,65 м.д.

30 Синглетный сигнал метиленового протона

AN2

группы $\geqslant \overset{+}{N}-CH_2$ наблюдается в области

5,8 м.д. Поли-N-метилен-4,4'-диимилийхлорид хорошо растворяется в воде, спирте и не растворяется в бензоле и ацетоне.

Предмет изобретения

Способ получения поли-N-метилен-4,4'-дипиридилийхлорида, отличающийся тем, что 4,4'-дипиридиум подвергают взаимодействию с хлористым метиленом при 140—150°С с последующим выделением целевого продукта известным способом.

Составитель С. Дашкевич
 Редактор З. Горбунова Техред З. Тараненко Корректор В. Гутман
 Заказ 233/452 Изд. № 867 Тираж 529 Подписанное
 ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР
 по делам изобретений и открытий
 Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент».

File 351:Derwent WPI 1963-2002/UD,UM &UP=200244
 (c) 2002 Thomson Derwent

*File 351: Please see HELP NEWS 351 for details about U.S. provisional applications.

Set Items Description

?

Ref	Items	Index-term
E1	1	PN=SU 476255
E2	1	PN=SU 476256
E3	1	*PN=SU 476257
E4	1	PN=SU 476258
E5	1	PN=SU 476259
E6	1	PN=SU 476260
E7	1	PN=SU 476261
E8	1	PN=SU 476262
E9	1	PN=SU 476263
E10	1	PN=SU 476264
E11	1	PN=SU 476265
E12	1	PN=SU 476266

Enter P or PAGE for more

?

S E3

S1 1 PN='SU 476257'

?

T 1/9/1

1/9/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
 (c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

001659341

WPI Acc No: 1976-93802X/197650

Novel poly-N-methylene 4,4'-di-pyridyl chloride for agriculture - highly bioactive cpd. prep'd. from 4,4'-bi-pyridyl and methylene chloride

Patent Assignee: UNIV TASHK (UYTS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
SU 476257	A	19760511			197650	B

Priority Applications (No Type Date): SU 1922215 A 19730504

Abstract (Basic): SU 476257 A

Novel, poly-N-methylene-4,4'-dipyridylchloride, which is biologically active and used in agriculture, is prep'd. from 4,4'-dipyridyl and methylene chloride at 140-150 degrees C. In an example, a mixt. of 4,4'-dipyridyl (3g) and methylene chloride (30 ml) was heated for 6 hrs. at 140-150 degrees C. Excess methylene chloride was distilled off and the residue dissolved in water and purified with active charcoal. The yield of crystalline poly-N-methylene-4,4-dipyridyl chloride was 90% of m.pt. 208-209 degrees.

Title Terms: NOVEL; POLY; N; METHYLENE; DI; PYRIDYL; CHLORIDE; AGRICULTURE; HIGH; BIOACTIVE; COMPOUND; PREPARATION; BI; PYRIDYL; METHYLENE; CHLORIDE

Derwent Class: C02

International Patent Class (Additional): C07D-031/22

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): C04-C03D

Chemical Fragment Codes (M1):

01 V742 F431 F499 L723 L724 M510 M522 M530 M540 M710 M423 M902

?

COST

15jul02 08:39:25 User271967 Session D85.2

Sub account: 1932.1110-000 JAF/CAS